

9)

Int. Cl.: C 07 c, 33/04

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



10)

Deutsche Kl.: 12 a, 19/63

11)

# Offenlegungsschrift 2 047 446

12)

Aktenzeichen: P 20 47 446.8

13)

Anmeldetag: 26. September 1970

14)

Offenlegungstag: 30. März 1972

15)

Ausstellungspriorität: —

16)

Unionspriorität

17)

Datum: —

18)

Land: —

19)

Aktenzeichen: —

20)

Bezeichnung: Verfahren zur Herstellung von Acetylen glykolen

21)

Zusatz zu: —

22)

Ausscheidung aus: —

23)

Anmelder: Badische Anilin- & Soda-Fabrik AG, 6700 Ludwigshafen

Vertreter gem § 16 PatG: —

24)

Als Erfinder benannt: Pasedach, Heinrich, Dr., 6700 Ludwigshafen

Prüfungsantrag gemäß § 28b PatG ist gestellt

Vorlage nicht besser kopierfähig

1012007446

Patentanspruch

Verfahren zur Herstellung von Acetylen glykolen durch Umsetzung von organischen Carbonylverbindungen mit Acetylenmonalkoholen in einem Lösungsmittel in Gegenwart eines basisch reagierenden Kondensationsmittels, dadurch gekennzeichnet, daß man die Umsetzung in aliphatischen und/oder aromatischen Kohlenwasserstoffen als Lösungsmittel durchführt und als Kondensationsmittel Kaliumalkoholate von primären und/oder sekundären Alkoholen verwendet, die begrenzt wasserlöslich sind.

Badische Anilin- & Soda-Fabrik AG

Unsere Zeichen: O.Z. 27 040 E/Fe

6700 Ludwigshafen, den 24.9.1970

Verfahren zur Herstellung von Acetylglykolen

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Acetylglykolen durch Umsetzung von organischen Carbonylverbindungen mit Acetylenmonoalkoholen.

Die Herstellung von Acetylglykolen durch Umsetzung von Acetylenmonoalkoholen mit Carbonylverbindungen in Gegenwart von Kaliumhydroxid ist wiederholt beschrieben worden (Izv. Akad. SSSR (1967) S. 2107 - 2109, r. 240, (1955), 1903 - 1905, Gen. Chem. USSR, 10, (1940), 480) (Chem. Abstr. 34, (1940), 7851, J. Org. Chem. 28 (1963) 2480 und J. Org. Chem. 30 (1965), 3046).

Besondere Schwierigkeiten bereitet die Herstellung von bis-tertiären Acetylglykolen wie z. B. 2,5-Dimethylhexin-(3)-diol, 2,5, 3,6-Dimethyloctin-(4)-diol-(3,6) und analogen Verbindungen, da diese mit dem Kaliumhydroxid, welches als Kondensationsmittel dient, schwer lösliche Addukte bilden, die auch in Lösungsmitteln wie Tetrahydrofuran oder Dibutylacetal nur bei großen Kaliumhydroxidüberschüssen eine gute Umsetzung ermöglichen.

Im Gegensatz hierzu gelingt z. B. die Umsetzung von Propargylalkohol mit Aceton oder Methyläthylketon zum entsprechenden Acetylglykol in Tetrahydrofuran recht gut, wenn man pro Mol Keton etwa 1,1 Mol Kaliumhydroxidpulver verwendet.

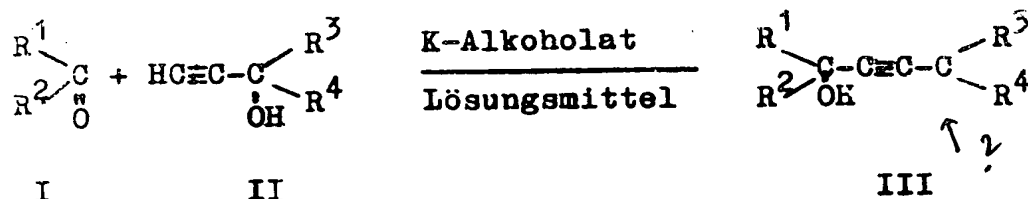
Ferner haben Versuche gezeigt, daß man in Lösungsmitteln wie z. B. Tetrahydrofuran aus Acetylenmonoalkoholen und Ketonen in Gegenwart von Kaliumhydroxidpulver praktisch quantitative Ausbeuten der entsprechenden Acetylglykole erhält. Doch müssen pro Mol Acetylglykol 4 bis 5 Mol KOH-Pulver eingesetzt werden. In Lösungsmitteln wie Benzol

oder Toluol gelingt die Umsetzung auch. Es müssen aber noch größere Überschüsse an Kaliumhydroxid verwendet werden.

Es bestand daher die Aufgabe, eine rationelle Methode zur technischen Herstellung der Acetylenglykole zu finden.

Es wurde nun gefunden, daß man Acetylenglykole durch Umsetzung von organischen Carbonylverbindungen mit Acetylenmonoalkoholen in einem Lösungsmittel in Gegenwart eines basisch reagierenden Kondensationsmittels besonders vorteilhaft herstellen kann, wenn man die Umsetzung in aliphatischen oder aromatischen Kohlenwasserstoffen als Lösungsmittel durchführt und als Kondensationsmittel Kaliumalkoholate von primären und/oder sekundären Alkoholen verwendet, die begrenzt wasserlöslich sind.

Das neue Verfahren kann durch folgendes Reaktionsschema wiedergegeben werden:



In diesem Schema ist Formel I die organische Carbonylverbindung, nämlich im Sinne dieser Erfindung ein Aldehyd oder Keton. In Aldehyden steht demgemäß  $\text{R}^1$  für Wasserstoff und  $\text{R}^2$  für einen organischen Rest. In Ketonen können  $\text{R}^1$  und  $\text{R}^2$  gleich oder verschieden sein und in Ketonen mögliche organische Reste bedeuten.  $\text{R}_1$  und  $\text{R}_2$  können auch gemeinsam Glieder eines Ringsystems sein, in das gegebenenfalls ein Heteroatom wie Stickstoff oder Sauerstoff eingebaut sein kann.

Für die Herstellung der Acetylenglykole kommen als Carbonylverbindungen aliphatische, araliphatische, aromatische und heterocyclische Ketone und Aldehyde in Betracht, u. a. Formaldehyd, Acetaldehyd, Propionaldehyd, Butyraldehyd, Isobutyraldehyd, 2-Äthylhexanol-(1), Glykolaldehyd, verätherte

oder veresterte Glykolaldehyde, Benzaldehyd, Zimtaldehyd, Phenylacetaldehyd, Furfurol, Aceton, Methyläthylketon, Methylisobutylketon, Mesityloxid, Acetophenon, Benzophenon, Piperidon-4, Cyclohexanon, 5-Methylhepten-(6)-on-(2), 6-Methylhepten-(6)-on-(2), Geranylaceton, Hexahydrofarnesylaceton.

Unter ihnen sind die folgenden Ketone und Aldehyde besonders geeignete Ausgangsprodukte: Propionaldehyd, n-Butyraldehyd, Isobutyraldehyd, Benzaldehyd, Aceton, Methyläthylketon, Methylisobutylketon, Acetophenon, Benzophenon, Piperidon-(4)-, 2-Äthylhexanal-1, 5-Methylhepten-(6)-on-(2), 6-Methylhepten-(6)-on-(2), Geranylaceton, Hexahydrofarnesylaceton.

Für die Umsetzung mit den Carbonylverbindungen sind alle primären, sekundären und tertiären Acetylenmonoalkohole der Formel II geeignet. Für die Reste  $R^3$  und  $R^4$  stehen dabei insbesondere Wasserstoff, Methyl, Äthyl, Butyl, Isobutyl, Phenyl.  $R^3$  und  $R^4$  können auch zusammen einen Ring bilden, wie im Äthinylcyclohexanol oder im Äthinylpiperidol.

Demgemäß kommen als Acetylenmonoalkohole im Sinne dieser Erfindung beispielsweise Propargylalkohol, Butin-(1)-ol-(3), 3-Methylbutin-(1)-ol-(3), 3-Methyl-pentin-(1)-ol-(3), 3,5-Dimethylhexin-(1)-ol-(3), 1-Äthinylcyclohexanol-(1), Phenyläthinylocarbinol, 3-Phenyl-3-methylpropin-(1)-ol-(3), Hexin-(1)-ol-(3), 4-Äthylretin-(1)-ol-(3), 3,7-Dimethylocten-7-in-1-ol-3, 3,7-Dimethylocten-6-in-1-ol-3 oder das Dimethylacetat des 2-Methyl-2-hydroxy-butin-(3)-al-(1) in Betracht. Vorzugsweise werden 3-Methyl-butin-(1)-ol-(3), 3-Methyl-pentin-(1)-ol-(3) und 3,5-Dimethylhexin-(1)-ol-(3) verwendet.

Als Kondensationsmittel für die Umsetzung der organischen Carbonylverbindungen mit den Acetylenmonoalkoholen geeignete Alkoholate sind die Kaliumalkoholate von primären oder sekundären Alkoholen mit 4 bis 8 Kohlenstoffatomen besonders die Kaliumalkoholate von primären Alkoholen wie n-Butanol, Isobutanol, n-Pentanol, 2-Methylbutanol-(4), 2-Methylbutanol-(1),

2047446

2,2-Dimethylpropanol-(1), n-Hexanol, 2-Äthylhexanol-(1) und die Kaliumalkoholate von sekundären Alkoholen wie Butanol-(2), Pentanol-(2), Pentanol-(3), 2-Methylbutanol-(3), Cyclohexanol und ähnliche. Von besonderer technischer Bedeutung sind die Kaliumalkoholate von n-Butanol und iso-Butanol.

Bei diesen in Wasser nur begrenzt löslichen Alkoholen lassen sich die Kaliumalkoholate leicht dadurch gewinnen, daß man eine wässrige Kalilauge (z. B. eine 50 %ige wässrige KOH des Handels) mit überschüssigem Alkohol unter Rückfluß kocht und am Kopf einer Fraktionierkolonne aus dem sich bildenden zweiphasigen Azeotrop mit Wasser die untere wässrige Schicht entfernt, den Alkohol aber wieder als Rücklauf der Kolonne zuführt. In kurzer Zeit erhält man so eine Lösung des gewünschten Kaliumalkoholats. Nach Zugabe eines Kohlenwasserstoffs, der zweckmäßigerweise höher siedet als der verwendete Alkohol, oder der mit dem Alkohol ein Azeotrop bildet, dessen Siedepunkt niedriger liegt, als der des Alkohols (z. B. Toluol und Isobutylalkohol, Kp. 101,2 ° mit 45 % Isobutylalkohol) wird der überschüssige Alkohol abdestilliert. Man kann auch nach beendeter Wasserauskreisung die Lösung des Kaliumalkoholats in überschüssigem Alkohol direkt eindampfen. Zur Entfernung des restlichen Alkohols wird das gebildete Kaliumalkoholat unter Rühren unter vermindertem Druck auf Temperaturen von 100 bis 200 °C erhitzt und nach Abkühlen das pulverförmige Kaliumalkoholat mit einem Kohlenwasserstoff zu einer Suspension verrührt. Auf diese Weise erhält man ein alkoholfreies Kaliumalkoholat, das im Kohlenwasserstoff sehr fein verteilt ist. Als Kohlenwasserstoffe verwendet man vorzugsweise die gleichen, wie sie bei der (späteren) Umsetzung der organischen Carbonylverbindung mit dem Acetylenalkohol benutzt werden.

Lösungsmittel, in denen die Umsetzung der organischen Carbonylverbindungen mit den Acetylenmonoalkoholen unter Verwendung der beschriebenen Kondensationsmittel durchgeführt werden kann, sind aliphatische und/oder aromatische Kohlenwasserstoffe und unter diesen insbesondere solche mit einem

Siedebereich von 80 bis 180 °C. Vorzugsweise kommen in Betracht: aliphatische Kohlenwasserstoffe, wie Petrol-Äther oder Benzingemische, cycloaliphatische Kohlenwasserstoffe, wie Cyclohexan, und aromatische Kohlenwasserstoffe, wie Benzol, Toluol, Xylol, Cumol und p-Diisopropylbenzol oder Gemische dieser Lösungsmittel. Auf die Verwendung von teuren Lösungsmitteln, wie Tetrahydrofuran, Äther, Dioxan u. ä. kann verzichtet werden.

Bei der Durchführung der Umsetzung können die an der Reaktion beteiligten Stoffe in beliebiger Reihenfolge zusammengegeben werden. In manchen Fällen, insbesondere bei der Umsetzung von Acetylenmonoalkoholen mit Ketonen ist es vorteilhaft, die Suspension eines Kaliumalkoholats in einem aliphatischen und/oder aromatischen Kohlenwasserstoff vorzulegen und unter gutem Rühren den Acetylenmonoalkohol und die Carbonylverbindung hinzuzufügen.

Die Mengen der beiden Reaktionspartner werden aus ökonomischen Gründen zweckmäßigerweise stöchiometrisch gewählt, jedoch sind Abweichungen bis zu einigen Prozent ohne Nachteil. Das Kondensationsmittel wird üblicherweise in Mengen von 0,8 bis 1,5 Mol, vorzugsweise 1 bis 1,2 Mol pro Mol Acetylenmonoalkohol verwendet. Gegen Luftsauerstoff empfindliche Verbindungen werden zweckmäßigerweise unter einer Inertgasatmosphäre, wie einer Stickstoffatmosphäre, umgesetzt.

Die Umsetzungstemperatur kann innerhalb eines weiten Bereichs gewählt werden. Im allgemeinen kommen Temperaturen im Bereich von -20 °C bis +100 °C in Betracht. Bevorsugt werden Temperaturen von 0 bis + 50°C.

Da bei der Umsetzung von niederen aliphatischen Ketonen mit Acetylenmonoalkoholen oft schwer rührbare Massen entstehen, ! kann es von Vorteil sein, die Durchmischung der Reaktionspartner zunächst bei tiefen Temperaturen durchzuführen, beispielsweise von 0 bis +10 °C, und dann erst die Reaktionstemperatur auf z. B. 30 bis 50 °C zu steigern.

Man hält das Reaktionsgemisch etwa 1 bis 2 Stunden bei dieser Temperatur und fügt dann soviel Wasser hinzu, daß gerade alle ungelösten Anteile in Lösung gehen und man zwei klare Schichten erhält. Die untere wässrige, alkalische Schicht wird abgetrennt, die obere organische Schicht durch Zufügen einer kleinen Menge einer organischen oder anorganischen Säure, wie Ameisensäure, Essigsäure, Kohlensäure oder Schwefelsäure, neutralisiert und nochmals mit Wasser ausgewaschen. Nach dem Abdestillieren des überschüssigen Lösungsmittels wird das gebildete Acetylglykol durch Destillation im Vakuum rein erhalten.

Bei dieser Umsetzung werden sowohl symmetrische wie auch unsymmetrische Acetylglykole gewonnen. Sie finden Verwendung als wertvolle Zwischenprodukte; z. B. ist das nach Beispiel 1 gewonnene Dimethylhexindiol Ausgangsbasis für die Chrysanthemsäure, der Grundverbindung für Insektizide der Pyrethrumgruppe, die für Warmblütler ungiftig sind. Andere Acetylglykole dienen zur Weiterverarbeitung auf terpenähnliche Riechstoffe oder zur Herstellung von oberflächenaktiven Agentien mit geringer Schaumwirkung. Umsetzung der Acetylglykole mit Wasserstoffperoxid führt schließlich zu Hydroperoxiden, die beispielsweise als Polymerisationsinitiatoren eingesetzt werden können.

Die in den nachfolgenden Beispielen angegebenen Teile sind Gewichtsteile.

#### Beispiel 1

680 Teile einer 50 %igen wässrigen Kalilauge werden zusammen mit 3000 Teilen Isobutanol in einem Kolben mit angeschlossener Destillierkolonne unter Rühren zum Sieden erhitzt.

In 3 bis 4 Stunden werden am Kopf der Kolonne aus dem dort anfallenden azeotropen Gemisch 475 Teile einer wässrigen Schicht abgetrennt. Anschließend wird der größte Teil des überschüssigen Isobutanol abdestilliert und nach Zugabe von 1500 Teilen Xylol die Mischung solange unter gutem Rückfluß fraktioniert bis am Kopf der Kolonne kein Isobutanol mehr auftritt (Kp. 136 °C).



In die Kaliumisobutylatsuspension, die auf 0 °C gekühlt wird, gibt man in wenigen Minuten unter gutem Rühren das Gemisch aus 348 Teilen Aceton und 420 Teilen Methylbutin-(1)-ol-(3). Man erwärmt die Mischung auf 30 °C und gibt dann 750 Teile Wasser dazu, wobei Trennung in zwei Phasen eintritt. Die untere wässrige Schicht wird abgetrennt. Sie enthält praktisch kein Dimethylhexindiol. Die obere organische Schicht wird mit Ameisensäure auf pH 5 eingestellt. Nach Abdestillieren des Lösungsmittels bei ca. 100 Torr erhält man 633 Teile 2,5-Dimethylhexin-3-diol-2,5 vom Kp<sub>22</sub> : 121 bis 124 °C. Ausbeute: 89,5 %, bezogen auf eingesetztes Methylbutinol.

### Beispiel 2

In eine Kaliumisobutylatsuspension (bereitet wie in Beispiel 1 beschrieben) wird unter gutem Rühren bei 0 °C in wenigen Minuten ein Gemisch aus 420 Teilen 3-Methylbutin-(1)-ol-(3) und 432 Teilen Methyläthylketon eingetragen.

Man erwärmt auf 30 °C und gibt dann 650 Teile Wasser in die Mischung.

Aus der organischen Schicht gewinnt man nach dem Abdestillieren des Xylols 689 Teile des 2,5-Dimethylheptin-(3)-diol-(2,5) vom Kp<sub>23</sub> 126 bis 133 °C, welches geringe Mengen an 2,5-Dimethylhexin-(3)-diol-(2,5) und 3,6-Dimethyloctin-(4)-diol-3,6 enthält.

### Beispiel 3

In eine Suspension von 672 Teilen Kaliumisobutylat in 900 Teilen Xylol wird unter Rühren und Kühlung bei einer Temperatur von ca. + 5 °C im Laufe einer halben Stunde ein Gemisch aus 450 Teilen 3-Methylpentin-(1)-ol-(3) und 432 Teilen Methyläthylketon eingetragen. Anschließend wird das Gemisch auf 30 bis 35 °C erwärmt und noch 2 Stunden lang weiter geführt.

Nach Zugabe von 300 Teilen Wasser wird durch Zugabe von Säure auf pH 4 bis 5 eingestellt. Die Destillation

der organischen Phase ergibt 720 Teile 3,6-Dimethyloctin-(4)-diol-(3,6).  $Kp_2$  95 bis 96 °C.

Wird in diesem Beispiel anstelle von 672 Teilen Kaliumisobutylat die gleiche Menge Kalium-n-butylat eingesetzt, so erhält man praktisch die gleiche Ausbeute.

#### Beispiel 4

Wie im Beispiel 3 wird das Gemisch aus 245 Teilen 3-Methylpentin-(1)-ol-(3) und 174 Teilen Aceton in der Suspension von 336 Teilen Kaliumisobutylat und 1500 Teilen Xylol umgesetzt.

Man erhält 325 Teile 2,5-Dimethylheptin-(3)-diol-(2,5)  $Kp_{23}$  126 bis 130 °C.

#### Beispiel 5

Wie in Beispiel 3 werden 600 Teile Methylisobutylketon und 630 Teile 3,5-Dimethylhexin-(1)-ol-(3) in einer Suspension von 672 Teilen Kaliumisobutylat in 2400 Teilen Xylol umgesetzt.

Man erhält 950 Teile 2,4,7,9-Tetramethylendecin-(5)-diol-(4,7)  $Kp_1$  106 bis 108 °C.

#### Beispiel 6

In eine Suspension von 336 Teilen Kaliumisobutylat in 1200 Teilen Xylol werden unter Kühlung bei einer Temperatur von 10 bis 12 °C 200 Teile 3-Methylbutin-(1)-ol-(3) eingetragen. Im Laufe von 1 1/2 Stunden gibt man dann in diese Mischung bei ca. 10 °C Reaktionstemperatur 216 Teile Isobutyraldehyd und läßt 3 Stunden bei Raumtemperatur nachreagieren.

Man erhält 320 Teile 2,6-Dimethylheptin-(3)-diol-(2,5)  $Kp_{0,5}$  108 bis 110 °C.

9

2047446

Beispiel 7

Unter gutem Rühren und Kühlung auf 10 bis 15 °C werden in eine Suspension von 448 Teilen Kaliumisobutylat in 1100 Teilen Xylol 196 Teile Propargylalkohol eingetragen. Im Laufe von 2 Stunden werden dann bei 30 bis 35 °C in diese Mischung 232 Teile Aceton eingetragen.

Nach Zugabe von 300 Teilen Wasser trennt man eine organische Schicht ab, aus der man 284 Teile 2-Methylpentin-(3)-diol-(2,5) Kp<sub>0,5</sub> 88 bis 92 °X erhält.

Beispiel 8

Wie in Beispiel 7 werden in der Suspension von 672 Teilen Kaliumisobutylat in 1600 Teilen Xylol 280 Teile Propargylalkohol mit 540 Teilen Methyläthylketon umgesetzt.

Man erhält 560 Teile 3-Methylhexin-(4)-diol-(3,6) Kp<sub>1,5</sub> 105 bis 108 °C.

Beispiel 9

In die Suspension von 280 Teilen Kaliumisobutylat in 1500 Teilen Xylol werden bei 10 °C 112 Teile Propargylalkohol unter Rühren eingetragen. Im Laufe von 2 Stunden gibt man in diese Mischung 150 Teile Propionaldehyd und hält die Reaktionstemperatur bei 10 °C.

Anschließend erwärmt man auf 25 bis 30 °C und rührt das Gemisch noch 3 Stunden. Man erhält 156 Teile Hexin-(2)-diol-(1,4). Kp<sub>4</sub> 110 bis 112 °C.

Beispiel 10

Wie in Beispiel 9 werden in eine Suspension von 672 Teilen Kaliumisobutylat und 1800 Teilen Xylol bei 10 °C zunächst 280 Teile Propargylalkohol eingetragen und dann innerhalb zwei Stunden bei ebenfalls 10 °C 432 Teile Isobutyraldehyd dazugegeben.

2047446

Anschließend wird 4 Stunden bei 25 bis 30 °C weitergerührt.  
Man erhält 422 Teile 2-Methylhexin-(4)-diol-(3,6).  
Kp<sub>3</sub> 115 bis 118 °C.

#### Beispiel 11

Wie in Beispiel 9 werden in eine Suspension von 280 Teilen Kaliumisobutylat in 1400 Teilen Xylol bei 10 °C zunächst 147 Teile 4-Methylpentin-(1)-ol-3 eingetragen und dann im Laufe von 2 Stunden 180 Teile Isobutyraldehyd dazugefügt. Nach Anwärmen auf 25 bis 30 °C wird bei dieser Temperatur noch 3 Stunden nachgerührt.

Man erhält 216 Teile 2,7-Dimethyloctin-(4)-diol-(3,6).  
Kp<sub>15</sub> 128 bis 131 °C.

#### Beispiel 12

Bei 10 °C werden in eine Suspension von 560 Teilen Kaliumisobutylat und 1500 Teilen Xylol zunächst 210 Teile Butin-(1)-ol-(3) eingetragen und dann innerhalb von 2 Stunden bei 10 °C 288 Teile n-Butyraldehyd zugetropft.

Man erhält 287 Teile Octin-(3)-diol-(2,5).  
Kp<sub>1,5</sub> 98 bis 102 °C.

#### Beispiel 13

Bei 10 bis 15 °C werden zunächst 280 Teile Butin-(1)-ol-(3) in die Suspension von 560 Teilen Kaliumisobutylat und 1500 Teilen Xylol eingetragen. Anschließend gibt man im Laufe von 2 Stunden 350 Teile Isobutyraldehyd ebenfalls bei 10 °C in diese Mischung.

Nach 3-stündigem Nachrühren bei 25 bis 30 °C wird mit 300 Teilen Wasser hydrolysiert und aufgearbeitet. Man erhält 498 Teile 2-Methylheptin-(4)-diol-(3,6), Kp<sub>2</sub> 98 bis 100 °C.

#### Beispiel 14

Wie in Beispiel 13 werden in einer Suspension aus 448 Teilen

Kaliumisobutylat und 1200 Teilen Xylol 210 Teile Butin-(1)-  
ol-(3) mit 400 Teilen Methylisobutylketon umgesetzt. Man  
erhält 472 Teile 2,4-Dimethyloctin-(5)-diol-(4,7).  $Kp_1$  93  
bis 95 °C.

### Beispiel 15

680 Teile einer 50 %igen wässrigen Kalilauge werden zusammen  
mit 3000 Teilen n-Butylalkohol zum Sieden erhitzt und im  
Laufe von 5 bis 6 Stunden am Kopf der Kolonne aus dem dort  
anfallenden Azeotrop ( $Kp$ . 92 °C) 430 Teile einer wässrigen  
Schicht abgetrennt. Anschließend destilliert man unter  
gutem Rücklauf so lange, bis die Übergangstemperatur auf  
etwa 117 °C gestiegen ist und damit anzeigt, daß kein Wasser  
mehr gebildet wird.

Der überschüssige Butylalkohol wird nun ohne Fraktionieren  
abdestilliert und am Schluß bei 30 bis 60 Torr das in Kol-  
ben verbleibende Kaliumbutylat unter Rühren und Erwärmen  
auf ca. 150 °C weitgehend von Butylalkohol befreit. Das  
zurückbleibende Pulver wird durch Zugabe von 1000 Teilen  
Benzol in eine Suspension überführt.

In diese Suspension gibt man, wie in Beispiel 1 beschrieben,  
bei 0 °C das Gemisch von 348 Teilen Aceton und 420 Teilen  
3-Methylbutin-(1)-ol-(3). Nachdem man die Mischung noch  
3 Stunden bei 30 °C gerührt hat, werden 750 Teile Wasser  
einzugegeben und die Schichten getrennt. Aus der organischen  
Schicht erhält man 621 Teile 2,5-Dimethylhexin-(3)-diol-(2,5).